PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number: 11-302096

(43) Date of publication of application: 02.11.1999

C30B 15/36 (51)Int.Cl. C30B 15/00

(21)Application number: 10-364420 (71)Applicant: KOMATSU ELECTRONIC METALS CO

LTD

(72)Inventor: KUROSAKA SHOEI (22)Date of filing: 22.12.1998

> **TOMIOKA JUNSUKE** KOBAYASHI MASAKAZU

ONOE SHUJI

SADAMATSU TAKESHI

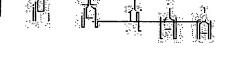
(30)Priority

Priority number: 10 51302 Priority date: 18.02.1998 Priority country: JP

(54) SEED CRYSTAL FOR PRODUCING SINGLE CRYSTAL, ITS PRODUCTION, AND PRODUCTION OF SINGLE CRYSTAL

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a seed crystal which is capable of stopping the propagation of any dislocation by providing a preheating means capable of reducing the temp. difference between the melt and the seed crystal prior to immersion of the seed crystal in a raw material melt, and further to produce a dislocation-free single crystal having good crystal properties. SOLUTION: This seed crystal has an unmatched part capable of transferring heat of a melt of a molten raw material to the seed crystal body and stopping the propagation of any dislocation due to the thermal stress caused at the time of immersing the seed crystal in the melt and formed in the range of from the front end to a prescribed position of the seed crystal. At the time of immersing this seed crystal in the surface layer of a raw material melt and pulling up the seed crystal to grow a single crystal, this method comprises a stage S2 for bringing the front end of the seed crystal including a preheating means made of a silicon single crystal into contact with the melt surface; stages S3 and S4 for thereafter continuously performing immersion of the seed crystal while gradually lowering the seed crystal, unit the melt surface reaches a level above the unmatched part; and a crystal growth stage for thereafter pulling up the seed crystal to



LEGAL STATUS

grow a single crystal.

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-302096

(43) 公開日 平成11年(1999)11月2日

(51) Int.Cl.⁸

識別記号

FΙ

C 3 0 B 15/36 15/00 C 3 0 B 15/36

15/00

Z

審査請求 未請求 請求項の数48 OL (全 21 頁)

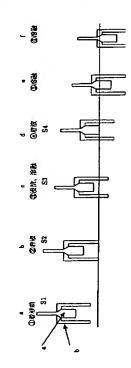
(21)出願番号	特願平10-364420	(71) 出願人	000184713
			コマツ電子金属株式会社
(22)出顧日	平成10年(1998)12月22日		神奈川県平塚市四之宮2612番地
	1,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,	(72)発明者	黒坂 昇栄
Co. 4 S. Amer Mr. Edw. S mart and area	44.57.54.0	(10)	
(31)優先権主張番号	特願平10-51302	1	神奈川県平塚市四之宮2612 コマツ電子金
(32)優先日	平10(1998) 2月18日		属株式会社内
(33)優先權主張国	日本 (JP)	(72)発明者	富岡 純輔
			神奈川県平城市四之宮2612 コマツ電子金
			属株式会社内
		()	
		(72)発明者	小林 正和
			神奈川県平塚市四之宮2612 コマツ電子金
			属株式会社内
		(74)代理人	弁理士 宮越 典明 (外1名)
			最終頁に続く
		1	取役貝に就く

(54) 【発明の名称】 単結晶製造用種結晶、単結晶製造用種結晶の製造方法、及び単結晶製造方法

(57)【要約】

【課題】 種結晶の融液浸漬に先立って融液との温度差を小さくするための予熱手段を備え、かつ、転位の伝播を阻止することが可能な単結晶製造用種結晶を提供する。さらに転位がなく結晶性の良好な単結晶を形成する。

【解決手段】 溶融された原料融液表面に、融液の熱を伝導するとともに、融液浸漬時の熱応力による転位の伝播を遮断する不整合部を有する単結晶製造用種結晶を浸漬して、これを引き上げることにより単結晶を成長させるに際し、先端から所定の位置に、融液の熱を伝導すると共に融液浸漬時の熱応力による転位の伝播を遮断するように構成された不整合部を有する単結晶製造用種結晶の前記先端を前記融液に着液させる工程52と、着液後更に前記不整合部より上方に位置するまで融液中への前記単結晶製造用種結晶の浸漬を続行する工程53,54と、前記融液面が前記不整合部上方に到達した後、前記単結晶成長用種結晶を引き上げることにより単結晶を成長させる成長工程とを含むことを特徴とする。



【特許請求の範囲】

【請求項 1 】 単結晶製造用種結晶において、先端から 所定の位置に、融液の熱を伝導するとともに融液浸漬時 の熱応力による転位の伝播を遮断するように構成された 不整合部を有することを特徴とする単結晶製造用種結 晶。

【請求項2】 単結晶育成用シード(1)と、前記単結晶育成用シードよりも先に融液(3) に浸漬させて融液(3) の熱を単結晶育成用シード(1) に伝導するプレディップ用伝熱材(2)とが、前記プレディップ用伝熱材から前記単結晶育成用シードに、融液の熱を伝導するとともに、融液浸漬時の熱応力による転位の伝播を遮断する不整合部を介して接合されていることを特徴とする請求項1記載の単結晶製造用種結晶。

【請求項3】 前記プレディップ用伝熱材は、前記単結 晶育成用シードの成長開始位置よりも下方に、不整合部 を介して接合されていることを特徴とする請求項1また は2に記載の単結晶製造用種結晶。

【請求項4】 前記プレディップ用伝熱材は、単結晶育成用シードの側部で前記単結晶育成用シードと係合する 20 結晶。係合部を有するとともに、所定の間隔を隔てて前記単結晶育成用シードの周りを覆って形成されており、前記プレディップ用伝熱材の先端は、前記単結晶育成用シードの先端より突出するように構成されていることを特徴とする請求項1乃至3のいずれかに記載の単結晶製造用種結晶。とを特別に

【請求項5】 前記間隔は、表面張力により、融液が浸透しない程度に十分に大きいことを特徴とする請求項4 記載の単結晶製造用種結晶。

【請求項6】 前記単結晶育成用シードは大径部と、そ 30 の上方に連設された小径部とを有し、

前記プレディップ用伝熱材は、前記小径部を挿通し、前記大径部で係止する穴を上面に有する円筒から構成されていることを特徴とする請求項5記載の単結晶製造用種結晶。

【請求項7】 前記穴はテーパ状をなしていることを特徴とする請求項6記載の単結晶製造用種結晶。

【請求項8】 前記不整合部は、前記単結晶育成用シードの下端に形成されており、あり継ぎ接合の接合面を形成していることを特徴とする請求項1乃至3のいずれかに記載の単結晶製造用種結晶。

【請求項9】 前記不整合部は、前記単結晶育成用シードの下端に位置し、融液面に対して平行となるように形成されたことを特徴とする請求項1乃至3のいずれかに記載の単結晶製造用種結晶。

【請求項10】 前記不整合部は、前記単結晶育成用シードの下端に位置し、融液面に対して傾斜した面を形成することを特徴とする請求項1乃至3のいずれかに記載の単結晶製造用種結晶。

【請求項11】 前記不整合部は、前記単結晶育成用シー 50 成された不純物含有領域であることを特徴とする請求項

ドの下端に位置し、円錐状側面を形成することを特徴とする請求項1乃至3のいずれかに記載の単結晶製造用種結晶。

【請求項12】 前記単結晶育成用シードは、シリコンであることを特徴とする請求項1乃至3のいずれかに記載の単結晶製造用種結晶。

【請求項13】 前記プレディップ用伝熱体は、シリコンであり、不整合部を構成する酸化シリコン膜、窒化シリコン膜および多結晶シリコン膜のいずれかを介して単結晶育成用シードに接続されていることを特徴とする請求項12記載の単結晶製造用種結晶。

【請求項14】 前記不整合部は、プレディップ用伝熱材と、単結晶育成用シードとを接触した後、この接触部の酸化によって形成された酸化シリコン膜であることを特徴とする請求項1.記載の単結晶製造用種結晶。

【請求項15】 前記シリコンは髙純度シリコンであるととを特徴とする請求項13に記載の単結晶製造用種結晶。 【請求項16】 前記髙純度シリコンは単結晶シリコンであることを特徴とする請求項15に記載の単結晶製造用種

【請求項17】 前記高純度シリコンは多結晶シリコンであることを特徴とする請求項15に記載の単結晶製造用種 柱具

【請求項18】 前記プレディップ用伝熱材はシリコンであり、前記不整合部は、シリコン同士の接合面であることを特徴とする請求項12記載の単結晶製造用種結晶。

【請求項19】 前記プレディップ用伝熱材は高純度シリコンであることを特徴とする請求項18記載の単結晶製造用種結晶。

【請求項20】 前記プレディップ用伝熱材は単結晶シリコンであることを特徴とする請求項19記載の単結晶製造用種結晶。

【請求項21】 前記プレディップ用伝熱材は前記単結晶 育成用シードと結晶方位が異なることを特徴とする請求 項20記載の単結晶製造用種結晶。

【請求項22】 前記プレディップ用伝熱材は前記単結晶 育成用シードと結晶方位が同一であることを特徴とする 請求項20記載の単結晶製造用種結晶。

【請求項23】 前記プレディップ用伝熱材は多結晶シリ 40 コンであることを特徴とする請求項19記載の単結晶製造 用種結晶。

【請求項24】 前記不整合部は、酸化膜、窒化膜および 多結晶膜のいずれかであることを特徴とする請求項1ま たは2記載の単結晶製造用種結晶。

【請求項25】 前記不整合部は、単結晶育成用シードとプレディップ用伝熱体とが直接接触せしめられた接触面であることを特徴とする請求項1または2記載の単結晶製造用種結晶。

【請求項26】 前記不整合部は、イオン注入によって形成された不純物含有領域であることを特徴とする請求項

2

1または2記載の単結晶製造用種結晶。

【請求項27】 単結晶育成用シード(1)を用意する工程 と.

前記単結晶育成用シードよりも先に融液(3) に浸漬させて融液(3)の熱を単結晶育成用シード(1) に伝導するためのプレディップ用伝熱材(2)を用意する工程と前記単結晶育成用シードと前記プレディップ用伝熱材を合わせた状態で接合する接合工程とを含むことを特徴とする単結晶製造用種結晶の製造方法。

【請求項28】 単結晶育成用シード(1)を用意する工程

前記単結晶育成用シードよりも先に融液(3) に浸漬させて融液(3)の熱を単結晶育成用シード(1) に伝導するためのプレディップ用伝熱材(2)を用意する工程と前記単結晶育成用シードと前記プレディップ用伝熱材を合わせた状態で酸素雰囲気中で加熱し、接合する接合工程とを含むことを特徴とする請求項27に記載の単結晶製造用種結晶の製造方法。

【請求項29】 前記接合工程は、前記単結晶育成用シードと前記プレディップ用伝熱材を合わせた状態で酸素第 20 囲気中で加熱したのち、表面をエッチングすることにより、表面に露呈する酸化膜を除去する工程とを含むことを特徴とする請求項28記載の単結晶製造用種結晶の製造方法。

【請求項30】 単結晶を用意する工程と、

前記単結晶を分断する工程と、

前記分断された表面同志を合わせて状態で酸素雰囲気中で加熱し、接合する接合工程とを含むことを特徴とする 単結晶製造用種結晶の製造方法。

【請求項31】 前記分断する工程に先立ち、前記単結晶表面に酸化防止膜を形成する工程を含み、前記接合工程の後、表面の前記酸化防止膜を選択的に除去する工程を含むようにしたことを特徴とする請求項30記載の単結晶製造用種結晶の製造方法。

【請求項32】 前記酸化防止膜は窒化シリコンであることを特徴とする請求項31記載の単結晶製造用種結晶の製造方法。

【請求項33】 前記酸化防止膜はレジストであることを 特徴とする請求項31記載の単結晶製造用種結晶の製造方 法。

【請求項34】 単結晶育成用シード(1)を用意する工程 よ

前記単結晶育成用シードよりも先に融液(3) に浸漬させて融液(3)の熱を単結晶育成用シード(1) に伝導するためのプレディップ用伝熱材(2)を用意する工程と前記プレディップ用伝熱材または前記単結晶育成用シードの少なくとも一方の端面に酸化膜を形成する工程と、

前記酸化膜を介して前記プレディップ用伝熱材に、前記 単結晶育成用シードを接合する接合工程とを含むことを 特徴とする単結晶製造用種結晶の製造方法。 【請求項35】 前記接合工程は加熱状態で実施されることを特徴とする請求項34記載の単結晶製造用種結晶の製造方法。

【請求項36】 さらに前記接合後、前記単結晶育成用シード表面をエッチングする工程を含むことを特徴とする 請求項34記載の単結晶製造用種結晶の製造方法。

【請求項37】 単結晶育成用シード(1)を用意する工程 と

前記単結晶育成用シードよりも先に融液(3) に浸漬させて融液(3)の熱を単結晶育成用シード(1) に伝導するためのプレディップ用伝熱材(2)を用意する工程と、前記プレディップ用伝熱材または前記単結晶育成用シードの少なくとも一方の端面に多結晶膜を形成する工程

前記多結晶膜を介して前記プレディップ用伝熱材に、前 記単結晶育成用シードを接合する接合工程とを含むこと を特徴とする単結晶製造用種結晶の製造方法。

【請求項38】 単結晶シリコンからなる第1のプレート を用意する工程と、

20 単結晶シリコンからなり、少なくとも接合面に酸化シリコン膜を有する第2のプレートを用意する工程と、

前記第1および第2のプレートを前記酸化シリコン膜を介して重ねあわせた状態で加熱することにより接合し接合プレートを形成する工程と、

前記接合プレートを接合面に垂直な面で、前記所望の大きさに切断することによりシードを形成する工程とを含むことを特徴とする単結晶製造用種結晶の製造方法。

【請求項39】前記切断工程の後、前記シードの前記第 1のプレート側表面をエッチングする工程を含むことを 30 特徴とする請求項38記載の単結晶製造用種結晶の製造方 法。

【請求項40】 単結晶を用意する工程と、

前記単結晶の所定の位置を横断するように不純物イオン をイオン注入し、不純物領域からなる不整合部を形成す る工程とを含むことを特徴とする単結晶製造用種結晶の 製造方法。

【請求項41】 溶融された原料融液表面に結晶成長の 起点となる単結晶製造用種結晶を浸漬して、これを引き 上げることにより単結晶を成長させる単結晶の製造方法 40 において、

先端から所定の位置に、融液の熱を伝導すると共に融液 浸漬時の熱応力による転位の伝播を遮断するように構成 された不整合部を有する単結晶製造用種結晶の前記先端 を前記融液に着液させる工程と、

着液後更に前記不整合部より上方に位置するまで融液中への前記単結晶製造用種結晶の浸漬を続行する工程と、前記融液面が前記不整合部上方に到達した後、前記単結晶成長用種結晶を引き上げることにより単結晶を成長させる成長工程とを含むことを特徴とする単結晶製造方

50 法。

【請求項42】 前記単結晶製造用種結晶は、単結晶育成 用シードと単結晶育成用シードの浸漬に先立ち融液に浸 潰されるプレディップ用伝熱材とからなり、プレディッ プ用伝熱材(2) の溶解終了に先立ち、単結晶育成用シー ド(1) を融液(3) に浸漬させることを特徴とする請求項 41に記載の単結晶製造方法。

【請求項43】 ブレディップ用伝熱材は、単結晶育成用 シードの側部で前記単結晶育成用シードと係合する係合 部を有するとともに、所定の間隔を隔てて前記単結晶育 成用シードの周りを覆う筒状体で構成されており、前記 10 プレディップ用伝熱材の先端は、前記単結晶育成用シー ドの先端より突出するように構成されており、

前記プレディップ用伝熱材の融液面上部分と融液面とで 形成される予熱空間によって、前記単結晶育成用シード の先端部を囲み、 前記単結晶育成用シードの先端を予 熱する工程を含むことを特徴とする請求項41または42に 記載の単結晶製造方法。

【請求項44】 前記単結晶製造用種結晶は、単結晶育成 用シードと単結晶育成用シードの浸漬に先立ち融液に浸 漬されるプレディップ用伝熱材とからなり、前記単結晶 20 育成用シードは下端部が円錐形状をなすように形成さ れ、前記プレディップ用伝熱材は上端部がこの円錐形状 に対応する形状を有し、融液の熱を伝導するとともに融 液浸漬時の熱応力による転位の伝播を遮断する不整合部 を介して両者が密着せしめられており、

前記融液の液面が前記不整合部よりも上にくるまで前記 単結晶製造用種結晶を下降せしめる工程を含むことを特 徴とする請求項43に記載の単結晶製造方法。

【請求項45】 前記単結晶製造用種結晶は、単結晶育成 用シードと単結晶育成用シードの浸漬に先立ち融液に浸 30 成して単結晶を所定の直径まで拡大させ、次いで直胴部 漬されるプレディップ用伝熱材とからなり、前記単結晶 育成用シードは下端部が前記融液の液面に対して傾斜す るように形成され、前記プレディップ用伝熱材は上端部 がこの傾斜に対応する形状を有し、融液の熱を伝導する とともに融液浸漬時の熱応力による転位の伝播を遮断す る不整合部を介して両者が密着せしめられており、

前記融液の液面が前記不整合部よりも上にくるまで前記 単結晶製造用種結晶を下降せしめる工程を含むことを特 徴とする請求項43に記載の単結晶製造方法。

【請求項46】 前記単結晶製造用種結晶は、単結晶育 成用シードと単結晶育成用シードの浸漬に先立ち融液に 浸漬されるプレディップ用伝熱材とからなり、前記単結 晶育成用シードは下端部が前記融液の液面に対して平行 に形成され、前記プレディップ用伝熱材は上端部がこれ に対応する形状を有し、融液の熱を伝導するとともに融 液浸漬時の熱応力による転位の伝播を遮断する不整合部 を介して両者が密着せしめられており、

前記融液の液面が前記不整合部よりも上にくるまで前記 単結晶製造用種結晶を下降せしめる工程を含むことを特 徴とする請求項39に記載の単結晶製造方法。

【請求項47】 単結晶育成用シード(1) を無転位のまま 融液(3) に浸漬した後、結晶径を縮小する縮径工程を介 することなく直ちに単結晶(6) の肩部形成工程に移行す ることを特徴とする請求項39に記載の単結晶製造方 法。

【請求項48】 前記単結晶製造用種結晶は断熱部材を介 して引き上げ手段に把持せしめられることを特徴とする 請求項47に記載の単結晶製造方法。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、CZ法による半導 体単結晶の製造時に用いる単結晶製造用種結晶、単結晶 製造用種結晶の製造方法、及び前記種結晶を用いる単結 晶製造方法に関する。

[0002]

【従来の技術】単結晶、たとえば単結晶シリコンは一般 にCZ法を用いて製造されている。CZ法では、単結晶 製造装置内に設置した石英るつぼに多結晶シリコンを充 填し、石英るつぼの周囲に設けたヒータによって前記多 結晶シリコンを加熱溶解して融液とする。そして、シー ドホルダに取り付けた種結晶を融液に浸漬し、シードホ ルダおよび石英るつぼを互いに同方向または逆方向に回 転させながらシードホルダを引き上げて単結晶シリコン を所定の直径および長さに成長させる。

【0003】種結晶を融液に浸漬すると熱応力が発生 し、種結晶に転位が発生する。この転位を除去するた め、ダッシュネック法を用いて直径3~4mm程度のネ ック部を種結晶の下方に形成し、転位をネック部の表面 に逃がす。そして、無転位化が確認された後、肩部を形 形成に移行する。

【0004】近年、半導体デバイス生産の効率化、歩留 り向上等を目的とした単結晶の大径化あるいは軸方向長 さの増大に伴ってその重量が増大し、ネック部の強度が 限界に近づいている。そのため、従来の結晶引上げ方法 ではネック部が破断するおそれがあり、安全な単結晶育 成ができない。この対策として、ダッシュネック法によ らない各種の単結晶製造方法が提案されている。たとえ ば、

- (1)特開平9-249486号公報で開示された単結 晶引き上げ方法は、融液の直上で種結晶の下降を停止し て予熱を行い、その後の種結晶下降速度を次第に小さく して融液に浸漬させる。
 - (2)特開平9-235186号公報で開示された単結 晶引き上げ用種結晶は、先端部を円錐形状にして熱容量 を小さくし、容易に融液温度近くに昇温するようにして いる。
- (3) 特開平9-249485号公報で開示された単結 晶引き上げ方法は、融液に浸漬した種結晶の溶融速度を 50 0.05~2mm/分と極低速に制御し、融液浸漬時に

生じた転位部分を溶融する。

(4) その他、中空を有する種結晶や、側面くり抜き種 結晶等で融液浸漬時の転位導入を防止し、絞り工程を廃 止することによって無転位種結晶径を太くすることをね らいとしている。

(5)特開平4-104988号公報で開示された単結 晶成長方法は、先端部を円錐形状にした種結晶をヒータ で予熱した後、融液に浸漬するものである。

[0005]

【発明が解決しようとする課題】図18は、融液に種結 10 晶を徐々に接近させたときの種結晶先端温度の変化を示 すグラフである。種結晶先端の温度はほぼ融液面からの 距離に比例して次第に上昇するが、融液面に接触する前 の温度上昇には限度があり、着液と同時に急激に昇温す る。融液浸漬時の転位発生は種結晶と融液との温度差

(100℃以上) によると考えられている。実際に着液 直前の種結晶の温度を測定すると100℃以上の温度差 が測定され、種結晶を融液の直上に保持しても期待する ほどの温度上昇は困難であり、結果的に無転位浸漬が難 しいことがわかる。また、図19は、種結晶の先端を融 20 液面から2.7mmの距離に固定したときの種結晶先端 温度の経時変化を示すグラフで、種結晶を1420℃の 融液面すれすれの位置に静止させて長時間放置したとし ても、時間に比例した温度の上昇は期待できない。これ は、炉内が数十Torr 程度の気圧であり、アルゴンガス が供給されていはいるがアルゴンガスとシリコンとの熱 伝導率からみても、融液からの輻射のみでは種結晶が昇 温しにくいのはやむを得ないことである。ちなみに、ア ルゴンガスの熱伝導率は0.05W/m·K、シリコン の熱伝導率は22.08W/m·Kである。

【0006】従って、上記従来の技術には次のような問 題点がある。

- (1) 融液の直上で種結晶を静止させて予熱しても、静 止時間に比例した温度の上昇は期待できない。
- (2) また、先端部を円錐形状に尖らせた種結晶を用い ても、種結晶と融液との温度差から無転位ディップの成 功率は極めて低い。
- (3) 更に、融液浸漬時に僅かでも種結晶に転位が導入 されると、極低速の下降速度で溶解しても転位が上方へ と伝播し続け、転位を消失させることは極めて困難であ 40 り、無転位ディップの成功率は低い。従来の方法では、 従来技術の延長において種結晶着液時における融液との 温度差を解消しようとしたり、着液時に発生した転位を 消そうとする提案が種々なされているが、前述の通り工 業生産に対応できる無転位化率を達成するのは困難であ
- (4)加熱手段を設けて種結晶を予熱する方法は直接的 でよいが、たとえばシードホルダに加熱体を設置する方 法は単結晶製造装置が複雑化する。

【0007】本発明は上記従来の問題点に着目してなさ 50 とする(請求項9)。本発明の第10では、請求項1乃至

れたもので、種結晶の融液浸漬に先立って融液との温度

差を小さくするための予熱手段を備え、かつ、転位の伝 播を阻止することが可能な単結晶製造用種結晶を提供す ることを目的とする。また本発明の単結晶の製造方法で は、転位がなく結晶性の良好な単結晶を形成することを

目的とする。

[0008] 【課題を解決するための手段】上記目的を達成するた め、本発明に係る単結晶製造用種結晶の第1は、単結晶 製造用種結晶において、融液の熱を伝導するとともに、 融液浸漬時の熱応力による転位の伝播を遮断する不整合 部を有することを特徴とする(請求項1)。本発明の第 2では、単結晶育成用シード(1)と、前記単結晶育成用シ ードよりも先に融液(3) に浸漬させて融液(3)の熱を単 結晶育成用シード(1) に伝導するプレディップ用伝熱材 (2)とが、前記プレディップ用伝熱材から前記単結晶育 成用シードに、融液の熱を伝導するとともに、融液浸漬 時の熱応力による転位の伝播を遮断する不整合部を介し て接合されていることを特徴とする(請求項2)。本発 明の第3では、請求項1または2記載の単結晶製造用種結 晶において、プレディップ用伝熱材は、前記単結晶育成 用シードの成長開始位置よりも下方に、不整合部を介し て接合されていることを特徴とする(請求項3)。本発 明の第4では、請求項1乃至3のいずれかに記載の単結晶 製造用種結晶において、前記プレディップ用伝熱材は、 単結晶育成用シードの側部で前記単結晶育成用シードと 係合する係合部を有するとともに、所定の間隔を隔てて 前記単結晶育成用シードの周りを覆って形成されてお り、前記プレディップ用伝熱材の先端は、前記単結晶育 成用シードの先端より突出するように構成されていると とを特徴とする(請求項4)。本発明の第5では、請求 項4記載の単結晶製造用種結晶において、前記間隔は、 表面張力により、融液が浸透しない程度に十分に大きい ことを特徴とする(請求項5)。本発明の第6では、請 求項5記載の単結晶製造用種結晶において、前記単結晶 育成用シードは大径部と、その上方に連設された小径部 とを有し、前記プレディップ用伝熱材は、前記小径部を 挿通し、前記大径部で係止する穴を上面に有する円筒か ら構成されていることを特徴とする(請求項6)。本発 明の第7では、請求項6記載の単結晶製造用種結晶にお いて、前記穴はテーパ状をなしていることを特徴とする (請求項7)。本発明の第8では、請求項1乃至3のいず れかに記載の単結晶製造用種結晶において、前記不整合 部は、前記単結晶育成用シードの下端に形成されてお り、あり継ぎ接合の接合面を形成していることを特徴と する(請求項8)。本発明の第9では、請求項1乃至3 のいずれかに記載の単結晶製造用種結晶において、前記 不整合部は、前記単結晶育成用シードの下端に位置し、 融液面に対して平行となるように形成されたことを特徴

3のいずれかに記載の単結晶製造用種結晶において、前 記不整合部は、前記単結晶育成用シードの下端に位置 し、融液面に対して傾斜した面を形成することを特徴と する (請求項10)。本発明の第11では、請求項1乃至3 のいずれかに記載の単結晶製造用種結晶において、前記 不整合部は、前記単結晶育成用シードの下端に位置し、 円錐状側面を形成することを特徴とする (請求項1 1)。本発明の第12では、請求項1乃至3のいずれかに 記載の単結晶製造用種結晶において前記単結晶育成用シ ードは、シリコンであることを特徴とする(請求項1 2)。本発明の第13では、請求項12記載の単結晶製造用 種結晶において、前記プレディップ用伝熱体は、シリコ ンであり、不整合部を構成する酸化シリコン膜、窒化シ リコン膜および多結晶シリコン膜のいずれかを介して単 結晶育成用シードに接続されていることを特徴とする (請求項13)。本発明の第14では、請求項13記載の単結 晶製造用種結晶において、前記不整合部は、プレディッ プ用伝熱材と、単結晶育成用シードとを接触した後、こ の接触部の酸化によって形成された酸化シリコン膜であ ることを特徴とする(請求項14)。本発明の第15では、 請求項13に記載の単結晶製造用種結晶において、前記シ リコンは高純度シリコンであることを特徴とする(請求 項15)。本発明の第16では、請求項15に記載の単結晶製 造用種結晶において、前記高純度シリコンは単結晶シリ コンであることを特徴とする(請求項16)。本発明の 第17では、請求項15に記載の単結晶製造用種結晶におい て、前記高純度シリコンは多結晶シリコンであることを 特徴とする(請求項17)。本発明の第18では、請求項 12記載の単結晶製造用種結晶において、前記プレディッ ブ用伝熱材はシリコンであり、前記不整合部は、シリコ ン同士の接合面であることを特徴とする(請求項18)。 本発明の第19では、請求項18記載の単結晶製造用種結晶 において、前記プレディップ用伝熱材は高純度シリコン であることを特徴とする(請求項19)。本発明の第20で は、請求項19記載の単結晶製造用種結晶において、前記 プレディップ用伝熱材は単結晶シリコンであることを特 徴とする(請求項20)。本発明の第21では、請求項20記 載の単結晶製造用種結晶において、前記プレディップ用 伝熱材は前記単結晶育成用シードと結晶方位が異なると とを特徴とする。本発明の第22では、請求項22記載の単 40 結晶製造用種結晶において、前記プレディップ用伝熱材 は前記単結晶育成用シードと結晶方位が同一でありるこ とを特徴とする(請求項22)。本発明の第23では、請求 項19記載の単結晶製造用種結晶において、前記プレディ ップ用伝熱材は多結晶シリコンであることを特徴とする (請求項23)。本発明の第24では、請求項1または2記 載の単結晶製造用種結晶において、前記不整合部は、酸 化膜、窒化膜および多結晶膜のいずれかであることを特 徴とする(請求項24)。本発明の第25では、請求項1ま たは2記載の単結晶製造用種結晶において、前記不整合

部は、単結晶育成用シードとプレディップ用伝熱体とが 直接接触せしめられた接触面であることを特徴とする (請求項25)。本発明の第26では、請求項1または2記 載の単結晶製造用種結晶において、前記不整合部は、イ オン注入によって形成された不純物含有領域であること を特徴とする(請求項26)。本発明の第27では、単結晶 製造用種結晶の製造方法において、単結晶育成用シード (1)を用意する工程と、前記単結晶育成用シードよりも 先に融液(3) に浸漬させて融液(3)の熱を単結晶育成用 10 シード(1) に伝導するためのプレディップ用伝熱材(2) を用意する工程と、前記単結晶育成用シードと前記プレ ディップ用伝熱材を合わせた状態で接合する接合工程と を含むことを特徴とする。本発明の第28では、請求項27 に記載の単結晶製造用種結晶の製造方法において、単結 晶育成用シード(1)を用意する工程と、前記単結晶育成 用シードよりも先に融液(3) に浸漬させて融液(3)の熱 を単結晶育成用シード(1) に伝導するためのプレディッ プ用伝熱材(2)を用意する工程と、前記単結晶育成用シ ードと前記プレディップ用伝熱材を合わせた状態で酸素 雰囲気中で加熱し、接合する接合工程とを含むことを特 徴とする(請求項28)。本発明の第29では、請求項28記 載の単結晶製造用種結晶の製造方法において、前記接合 工程は、前記単結晶育成用シードと前記プレディップ用 伝熱材を合わせた状態で酸素雰囲気中で加熱したのち、 表面をエッチングすることにより、表面に露呈する酸化 膜を除去する工程とを含むことを特徴とする(請求項2 9) 。本発明の第30では、単結晶製造用種結晶の製造方 法において、単結晶を用意する工程と、前記単結晶を分 断する工程と、前記分断された表面同志を合わせて状態 で酸素雰囲気中で加熱し、接合する接合工程とを含むこ とを特徴とする(請求項30)。本発明の第31では、請求 項30記載の単結晶製造用種結晶の製造方法において、前 記分断する工程に先立ち、前記単結晶表面に酸化防止膜 を形成する工程を含み、前記接合工程の後、表面の前記 酸化防止膜を選択的に除去する工程を含むようにしたこ とを特徴とする(請求項31)。本発明の第32では、請求 項31記載の単結晶製造用種結晶の製造方法において、前 記酸化防止膜は窒化シリコンであることを特徴とする (請求項32)

40 本発明の第33では、請求項31記載の単結晶製造用種結晶の製造方法において、前記酸化防止膜はレジストであることを特徴とする(請求項33)。本発明の第34では、単結晶製造用種結晶の製造方法において、単結晶育成用シード(1)を用意する工程と、前記単結晶育成用シードよりも先に融液(3)に浸漬させて融液(3)の熱を単結晶育成用シード(1)に伝導するためのブレディップ用伝熱材(2)を用意する工程と、前記プレディップ用伝熱材または前記単結晶育成用シードの少なくとも一方の端面に酸化膜を形成する工程と、前記酸化膜を介して前記プレディップ用伝熱材に、前記単結晶育成用シードを接合す

11 る接合工程とを含むことを特徴とする(請求項34)。本 発明の第35では、請求項34記載の単結晶製造用種結晶の 製造方法において、前記接合工程は加熱状態で実施され ることを特徴とする(請求項35)。本発明の第36では、 請求項34記載の単結晶製造用種結晶の製造方法におい て、さらに前記接合後、前記単結晶育成用シード表面を エッチングする工程を含むことを特徴とする(請求項3 6)。本発明の第37では、単結晶製造用種結晶の製造方 法において、単結晶育成用シード(1)を用意する工程 と、前記単結晶育成用シードよりも先に融液(3) に浸漬 10 させて融液(3)の熱を単結晶育成用シード(1) に伝導す るためのプレディップ用伝熱材(2)を用意する工程と、 前記プレディップ用伝熱材または前記単結晶育成用シー ドの少なくとも一方の端面に多結晶膜を形成する工程 と、前記多結晶膜を介して前記プレディップ用伝熱材 に、前記単結晶育成用シードを接合する接合工程とを含 むことを特徴とする。本発明の第38では、単結晶製造用 種結晶の製造方法において、単結晶シリコンからなる第 1のプレートを用意する工程と、単結晶シリコンからな り、少なくとも接合面に酸化シリコン膜を有する第2の プレートを用意する工程と、前記第1および第2のプレ ートを前記酸化シリコン膜を介して重ねあわせた状態で 加熱することにより接合し接合プレートを形成する工程 と、前記接合プレートを接合面に垂直な面で、前記所望 の大きさに切断することによりシードを形成する工程と を含むことを特徴とする(請求項38)。本発明の第39で は、請求項38記載の単結晶製造用種結晶の製造方法にお いて、前記切断工程の後、前記シードの前記第1のプレ ート側表面をエッチングする工程を含むことを特徴とす る (請求項39)。本発明の第40では、単結晶製造用種結 晶の製造方法において、単結晶を用意する工程と、前記 単結晶の所定の位置を横断するように不純物イオンをイ オン注入し、不純物領域からなる不整合部を形成する工 程とを含むことを特徴とする(請求項40)。本発明の第 41では、溶融された原料融液表面に結晶成長の起点とな る単結晶製造用種結晶を浸漬して、これを引き上げるこ とにより単結晶を成長させる単結晶の製造方法におい て、先端から所定の位置に、融液の熱を伝導すると共に 融液浸漬時の熱応力による転位の伝播を遮断するように 構成された不整合部を有する単結晶製造用種結晶の前記 先端を前記融液に着液させる工程と、着液後更に前記不 整合部より上方に位置するまで融液中への前記単結晶製 造用種結晶の浸漬を続行する工程と、前記融液面が前記 不整合部上方に到達した後、前記単結晶成長用種結晶を 引き上げることにより単結晶を成長させる成長工程とを 含むことを特徴とする(請求項41)。本発明の第42で は、請求項41に記載の単結晶製造方法において、前記単 結晶製造用種結晶は、単結晶育成用シードと単結晶育成

用シードの浸漬に先立ち融液に浸漬されるプレディップ

終了に先立ち、単結晶育成用シード(1) を融液(3) に浸 漬させることを特徴とする(請求項42)。本発明の第43 では、請求項41または42に記載の単結晶製造方法におい て、プレディップ用伝熱材は、単結晶育成用シードの側 部で前記単結晶育成用シードと係合する係合部を有する とともに、所定の間隔を隔てて前記単結晶育成用シード の周りを覆う筒状体で構成されており、前記プレディッ プ用伝熱材の先端は、前記単結晶育成用シードの先端よ り突出するように構成されており、前記プレディップ用 伝熱材の融液面上部分と融液面とで形成される予熱空間 によって、前記単結晶育成用シードの先端部を囲み、 前記単結晶育成用シードの先端を予熱する工程を含むと とを特徴とする(請求項43)。本発明の第44では、請求 項43に記載の単結晶製造方法において、前記単結晶製造 用種結晶は、単結晶育成用シードと単結晶育成用シード の浸漬に先立ち融液に浸漬されるプレディップ用伝熱材 とからなり、前記単結晶育成用シードは下端部が円錐形 状をなすように形成され、前記プレディップ用伝熱材は 上端部がこの円錐形状に対応する形状を有し、融液の熱 を伝導するとともに融液浸漬時の熱応力による転位の伝 播を遮断する不整合部を介して両者が密着せしめられて おり、前記融液の液面が前記不整合部よりも上にくるま で前記単結晶製造用種結晶を下降せしめる工程を含むこ とを特徴とする(請求項44)。本発明の第45では、請求 項43 に記載の単結晶製造方法において、前記単結晶製 造用種結晶は、単結晶育成用シードと単結晶育成用シー ドの浸漬に先立ち融液に浸漬されるプレディップ用伝熱 材とからなり、前記単結晶育成用シードは下端部が前記 融液の液面に対して傾斜するように形成され、前記プレ ディップ用伝熱材は上端部がこの傾斜に対応する形状を 有し、融液の熱を伝導するとともに融液浸漬時の熱応力 による転位の伝播を遮断する不整合部を介して両者が密 着せしめられており、前記融液の液面が前記不整合部よ りも上にくるまで前記単結晶製造用種結晶を下降せしめ る工程を含むことを特徴とする(請求項45)。本発明の 第46では、前記単結晶製造用種結晶は、請求項39に記 載の単結晶製造方法において、単結晶育成用シードと単 結晶育成用シードの浸漬に先立ち融液に浸漬されるプレ ディップ用伝熱材とからなり、前記単結晶育成用シード は下端部が前記融液の液面に対して平行に形成され、前 記プレディップ用伝熱材は上端部がこれに対応する形状 を有し、融液の熱を伝導するとともに融液浸漬時の熱応 力による転位の伝播を遮断する不整合部を介して両者が 密着せしめられており、前記融液の液面が前記不整合部 よりも上にくるまで前記単結晶製造用種結晶を下降せし める工程を含むことを特徴とする(請求項46)。本発明 の第47では、請求項3%に載の単結晶製造方法におい て、単結晶育成用シード(1)を無転位のまま融液(3)に 浸漬した後、結晶径を縮小する縮径工程を介することな 用伝熱材とからなり、プレディップ用伝熱材(2)の溶解 50 く直ちに単結晶(6)の肩部形成工程に移行することを特 徴とする(請求項47)。本発明の第48では、請求項47に 記載の単結晶製造方法において、前記単結晶製造用種結 晶は断熱部材を介して引き上げ手段に把持せしめられる ことを特徴とする(請求項48)。

【0009】本発明の第1乃至第3によれば、不整合部を 介して融液の熱が予熱用部材から育成用種結晶に伝導さ れ、育成用種結晶を融液温度近傍まで加熱することがで きるので、融液浸漬時の熱応力が小さくなり、転位の発 生が防止される。その一方で、前記不整合部は転位の伝 播を遮断するため、予熱用部材に転位が発生することが 10 あっても、これが育成用種結晶に伝播しない。なお、予 熱用部材は、育成用種結晶への熱伝導作用さえあればよ く、必ずしも単結晶である必要はない。本発明の第4 は、単結晶製造用種結晶が、単結晶育成用シードと、単 結晶育成用シードよりも先に融液に浸漬させて融液の熱 を単結晶育成用シードに伝導する予熱用部材としてのプ レヒディップ用伝熱材とを組み合わせて一体化したもの であり、上記構成によれば、プレディップ用伝熱材を融 液に浸漬させることにより、加熱されたプレディップ用 伝熱材の熱が融液の上方にある単結晶育成用シードに伝 20 位は発生しない。 導され、単結晶育成用シードを漸次加熱する。これによ り、単結晶育成用シード単体を融液直上に長時間静止さ せた場合に比べて単結晶育成用シードをゆるやかに、か つより高温に加熱することができる。また、融液着液時 にプレディップ用伝熱材には結晶体である場合は転位が 発生するが、この転位が単結晶育成用シードに伝播する ことはない。本発明の第5によれば、上記間隔を、融液 が表面張力により浸透しない程度に十分に大きくしてお り、これにより、表面張力により融液が浸透して、単結 晶育成用シードが十分に予熱される前に融液に接触し、 転位発生の原因となるのを防ぐためである。

【0010】本発明の第6乃至第13によれば、種々の形 態により、よりよく転位発生を防止するようにしたもの である。本発明の第14によれば、上記効果に加えて、前 記不整合部は、プレディップ用伝熱材と、単結晶育成用 シードとを接触した後、この接触部の酸化によって形成 された酸化シリコン膜であるため、プレディップ用伝熱 材と、単結晶育成用シードとの間がより密着した状態で 固着されるため、表面張力により隙間に融液が浸透して 転位発生の原因となるのを防ぐことができる。本発明の 第15 乃至第26によれば、種々の形態により、よりよく 転位発生を防止することができる。特に、第25によれ ば、単結晶育成用シードとプレディップ用伝熱材とが直 接接触されており、製造が容易でかつとの界面での熱接 触性はきわめて良好であり、かつ良好に転位の伝播を遮 断することが出来る。又第26ではイオン注入によって不 純物含有領域を形成することにより、転位伝播を遮断す るようにしているため、第25と同様界面での熱接触性は きわめて良好であり、信頼性の高い単結晶の育成を可能 とする種結晶を得ることが可能となる。また、本発明の 50 なるまで予熱され、融液浸漬による転位が発生しないた

第27乃至第40は上記単結晶の製造方法であり、かかる構 成によれば容易に良好な種結晶を得ることが出来る。ま た、本発明の第41乃至第48は、上記種結晶を用いて単結 晶の引き上げを行うもので、融液面が不整合部上方に到 達した後に、単結晶を引き上げるようにしているため、 たとえば、単結晶育成用シードとプレディップ用伝熱材 とを一体化した状態で融液に浸漬させることを特徴とす る。上記構成によれば、単結晶育成用シードが融液に着 液する前に融液温度と単結晶育成用シードとの温度差が 小さくなるとともに、プレディップ用伝熱材と単結晶育 成用シードとの界面である不整合部によって、プレディ ップ用伝熱材から単結晶育成用シードへの転位伝播が遮 断される。

【0011】本発明の第42では、プレディップ用伝熱材 の溶解中に単結晶育成用シードを融液に浸漬させること を特徴とする。上記構成によれば、プレディップ用伝熱 材を介して融液から単結晶育成用シードに熱伝導が行わ れた後、単結晶育成用シードを融液に浸漬させるので、 単結晶育成用シードに発生する熱応力が小さくなり、転

【0012】本発明の第45及び46は、単結晶育成用シ ードの下部にプレディップ用伝熱材を不整合部で接触、 一体化させた状態で、まず、プレディップ用伝熱材を融 液に浸漬し、溶解しつつ下降させ、更に前記不整合部が 完全に融液面下に没した後、前記単結晶育成用シードの 下部に単結晶を成長させつつ引き上げることを特徴とす る。上記構成によれば、融液に浸漬することによって融 液からプレディップ用伝熱材に伝導される熱は、不整合 部でプレディップ用伝熱材に接触している単結晶育成用 30 シードにそのまま伝導され、単結晶育成用シードを融液 面直上に近接して長時間静止させた場合よりもゆるやか に、しかし著しく高温に加熱される。この状態を維持し つつ不整合部が完全に融液面下に没すると、プレディッ プ用伝熱材全体と単結晶育成用シードの下部が溶解す る。しかし、結晶育成用シードに発生する熱応力は極め て小さく転位の導入がないので、単結晶育成用シードの 下部にそのまま単結晶を成長させることができる。

【0013】本発明に係る単結晶製造方法においては、 プレディップ用伝熱材の溶解時及びプレディップ用伝熱 40 材と単結晶育成用シードとの溶解時に、ヒータ電力の調 整を行ってもよい。すなわち、まずプレディップ用伝熱 材が溶解を始め、次いで単結晶育成用シードが溶解す る。これらの溶解時にヒータ電力を調整することで、溶 解が円滑に進むとともに、プレヒート用シードから単結 晶育成用シードへの熱伝導が十分に行われる。

【0014】更に、本発明の第47では、単結晶育成用シ ードを無転位のまま融液に浸漬した後、直ちに単結晶の 肩部形成工程に移行することを特徴とする。上記構成に よれば、単結晶育成用シードは融液との温度差が小さく

め、融液浸漬後絞り工程に移行する必要がなく、そのま ま単結晶の肩部形成工程に入ることができる。従って、 単結晶育成用シードが縮径されることなくその下方に単 結晶が育成される。ととで不整合部とは、結晶状態ある いは組成が不整合となっていればよく、一体物に、不整 合を生ぜしめるようなエネルギーを加えて変化させたも の、別体として形成したものを接合したものの両方を含 むものとする。すなわち巨視的にみて不整合である部分 および微視的にみて不整合である部分のいずれでもよ く、要は転位の伝播を遮断することができるものであれ 10 ばよい。

[0015]

【発明の実施の形態】次に、本発明に係る単結晶製造用 種結晶及び単結晶製造方法の実施例について、図面を参 照しつつ詳細に説明する。図1~図4は、単結晶製造用 種結晶の第1~第4実施例を示す斜視図である。前記各 図において(a)は単結晶育成用シード、(b)はプレ ディップ用伝熱材、(c)は単結晶育成用シードとプレ ディップ用伝熱材とを一体化した状態(以下との状態に なったものを種結晶と呼ぶ)を示している。

【0016】図1(a)の単結晶育成用シード1は、通 常のシードとほぼ同等の直径を有する上部1aと、上部 laより大径の下部lbとをテーパ部lcで接続してな り、上部1aにはシードホルダに掛止するための掛止部 1 dが設けられており、上部1 a 中に成長開始点1 mを もつようにこのレベルまで溶融させた後引き上げが開始 されるように構成されている。また、図1(b)のプレ ディップ用伝熱材2は、円柱状の種結晶の内部に、前記 単結晶育成用シード1の下部1bを収容する大径穴2a と、テーパ部1 cが挿嵌されるテーパ穴2 b とを設けた 30 ものである。大径穴2 a の下端から単結晶育成用シード 1を挿入すると、図1(c)に示すように前記両者が一 体化した種結晶となる。図1(d)はこの種結晶体の全 体概要図である。単結晶育成用シードおよびプレディッ プ用伝熱材2はそれぞれ研削加工によって形状加工がな されたのち、共ずり法によってテーパ穴2bおよびこれ に符合するテーバ部 1 c が形成され、両者が機密的に係 合し、融液の熱を伝導するとともに融液浸漬時の熱応力 による転位の単結晶育成用シードへの伝播を遮断する不 整合部たる係合部を構成する。

【0017】この種結晶を用いて単結晶の引き上げを行 うわけであるが、種結晶はこの形状に限定されることな く、適宜変更可能である。図2は係合部の形状を、テー パ形状から同一径部に変更したものである。他の部分に ついては前記第1の実施例と全く同様に形成されてい る。図2(a)の単結晶育成用シード1は、通常のシー ドとほぼ同等の直径を有する上部1aと、上部1aより 大径の下部1bとを接続した形状で、上部1aにはシー ドホルダに掛止するための掛止部 1 d が設けられてい

柱状の種結晶の内部に前記単結晶育成用シード1の上部 1aを挿嵌する小径穴2cと、下部1bを収容する大径 六2 a とを設けたものである。大径穴2 a の下端から単 結晶育成用シード1を挿入すると、図2(c)に示すよ うに前記両者が一体化した種結晶となる。

【0018】また係合形状として、穴に代えて溝を用い るようにしてもよい。図3(a)の単結晶育成用シード 1は、通常の種結晶とほぼ同等の直径を有する種結晶の 両側面に切り欠き部1 eを設け、上端に掛止部1 dを設 けたものである。また、図3(b)のプレディップ用伝 熱材2は、角柱状の種結晶の上面に単結晶育成用シード 1の切り欠き1eと係合する切り欠き溝2dを設け、側 面に単結晶育成用シード1の下部を挿入するための切り 欠き溝2 e を設けたものである。プレディップ用伝熱材 2の側面から単結晶育成用シード1を挿入すると、図3 (c) に示すように前記両者が一体化した種結晶とな る。

【0019】さらにまた、プレディップ用伝熱材を角柱 状に形成したものも有効である。 図4 (a) の単結晶育 20 成用シード1は、通常の種結晶とほぼ同等の寸法の角柱 状の上部 laと、上部 laより大きい角柱状の下部 lb とを接続した形状で、上部1aにはシードホルダに掛止 するための掛止部1 dが設けられている。また、図4

(b) のプレディップ用伝熱材2は、角柱状の結晶の内 部に前記単結晶育成用シード1の上部1 a を挿嵌する角 穴2 fと、下部1bを収容する角穴2gとを設けたもの である。 角穴2gの下端から単結晶育成用シード1を挿 入すると、図4 (c) に示すように前記両者が一体化し た種結晶となる。

【0020】上記の各単結晶育成用シード1及びプレデ ィップ用伝熱材2は、単結晶シリコンインゴットを所定 の形状に加工した後、加工歪みを除去するため化学研磨 を施して使用される。なお、この接合部は、融液の浮力 により、プレディップ用伝熱材2が上方への力を受け、 分離し易くまた、隙間があると、表面張力により、融液 が上方に浸透し、十分に予熱されていない状態の単結晶 育成用シードに融液が接触することで転位が入ることが あるため、密着させておくのが望ましい。 密着させる ための方法としては、単結晶育成用シードとプレディッ プ用伝熱材とを密着するように接合する酸化シリコン膜 10を形成しておくようにするのが望ましい。先ず、この 種結晶の製造方法の1例について説明する。図5 (a) に示すように、単結晶育成用シード1及びプレディップ 用伝熱材2を単結晶シリコンの研削加工によって所望の 形状に加工する。そして図5(b)に示すように、共す り法によりすりあわせてテーパ穴2 b内に単結晶育成用 シード1のテーパ部1cを接合する。ことで1mは結晶 成長開始位置すなわち成長点である。この状態で酸化雰 囲気中で500℃程度に加熱し、図5(c)に示すよう る。また、図2 (b)のプレディップ用伝熱材2は、円 50 にこの接合面の隙間に酸化シリコン膜102を形成す

る。このとき、単結晶育成用シード1及びプレディップ 用伝熱材2の表面にも酸化シリコン膜が形成されるが、 この接合部よりも下の領域のみを薄いフッ酸のエッチン グ液に浸漬し図5(d)に示すように表面の清浄化され た種結晶を得ることができる。なお、単結晶育成用シー ド及びプレディップ用伝熱材の形状は図1~図4に限る ものではなく、単結晶育成用シードが融液に浸漬される 前にプレディップ用伝熱材が融液に浸漬されるような形 状のものであれば他の形状でもよい。その例は、図9万 至図12および図17に示した。

【0021】前記図1(c)に示した種結晶体を使用し て単結晶を製造する際の手順を示す。ここで用いる種結 晶体は、図5 (a)~(d)に製造工程を示したよう に、単結晶育成用シードおよびプレディップ用伝熱材2 はそれぞれ研削加工によって形状加工がなされたのち、 共ずり法によってテーパ穴2b およびこれに符合するテ ーバ部1cが形成され、両者が酸化シリコン膜10を介 して機密的に接合せしめられた状態になっている。図7 に単結晶育成用シード1とプレディップ用伝熱材2のそ れぞれの位置a、bにおける温度と、液面からの距離d との関係を測定した結果を示す。比較のために従来の種 結晶を用いた場合の、液面からの距離と温度との関係を 曲線cで示す。なお側定位置としては先端からの距離が a、bと同程度となる点を用いている。まず、石英るつ ぼに装填した多結晶原料がすべて溶解した後、融液3を 適度な温度に維持する。そして、図6(a)に示すよう に、引き上げ軸4下端のシードホルダ(図示せず)に取 着した単結晶育成用シード1とプレディップ用伝熱材2 とからなる種結晶を下降させる(ステップS1)と、初 めにプレディップ用伝熱材2が融液面に接触する(図6 (b):ステップS2)。そのまま所定の速度で下降を 続けると、図6(c)に示すようにプレディップ用伝熱 材2が下端から溶解する(ステップS3)。このとき、 融液浸漬部が常に溶解し続けるような融液温度を維持す ることができるように、プレディップ用伝熱材2の溶解 状況を観察しながらヒータ電力を調整する。この間、ブ レディップ用伝熱材2の溶解を通じて融液3の温度がプ レディップ用伝熱材2から単結晶育成用シード1に伝導 されるので、図7の曲線からもあきらかなように、単結 晶育成用シード1の温度はプレディップ用伝熱材2とほ 40 ぼ同じ温度で推移することになる。従ってこれを単体で 融液3の表面に近接させた場合よりも著しく髙温域まで 上昇し、融液3と単結晶育成用シード1との温度差は極 めて小さくなる。

【0022】そして更に下降させると、図6(d)に示 すように単結晶育成用シード1の下面が融液面に到達す る。 (ステップS4) このとき単結晶育成用シード1 は、プレディップ用伝熱材2から十分な熱伝導を受けて いるので、融液3に浸漬しても転位は発生しない。この ことは図7の曲線aとcとの比較から単結晶育成用シー 50 を取り付けたものも有効である。この種結晶体は、図9

ドの着液時の温度変化が極めて小さくなっていることが わかる。しかし、との位置ではプレディップ用伝熱材2 と単結晶育成用シード1の両方が融液3に浸漬され、プ レディップ用伝熱材2の上部は溶解されずに残っている ため、単結晶の引き上げに支障を来すことがある。そこ で、図6(e)に示すように単結晶育成用シード1の下 部1 bを溶融させながら種結晶の下降を続行し、図6 (f) に示すようにプレディップ用伝熱材2と単結晶育 成用シード1のテーパ部1 cから下方の部分とを融液3 10 に浸漬して溶解する。その結果、単結晶育成用シード1 の上部1 a のみが溶解せずに残存している状態となる。 ここで、単結晶育成用シード1をポップアウトさせるこ となく単結晶の引き上げ開始に最適な温度となるように 融液温度を調整し、図8に示すように単結晶6の引き上 げを開始する。単結晶育成用シード1には転位が導入し ていないので絞り工程に入る必要がない。従って、直ち に肩部形成工程に移行し、次いで通常のプロセスと同様 に単結晶6を育成する。ここで種結晶体はシードホルダ 5で支持されているが、このシードホルダの種結晶との 接触部は断熱材料で構成されており、熱の放出を防止 し、プレディップ用伝熱材からの熱を効率よく単結晶育 成用シードの昇温に作用せしめることができる。

【0023】本発明を適用し、単結晶育成用シードとし て直径12.7mmの種結晶を用いて200kgのシリ コン単結晶を8本引き上げたが、単結晶育成用シードに 結晶転位は全く起こらなかった。直径12.7mmの種 結晶を用いた場合、その耐荷重を14kg/mm2とす ると1 t o n以上の支持が可能となる。また、直径31 Ommのシリコン単結晶ならば、長さ1500mmのも のを引き上げても十分に余裕がある。ととで、プレディ ップ用伝熱材は、単結晶育成用シードの上部で前記単結 晶育成用シードと係合し、融液の熱を伝導するとともに 融液浸漬時の熱応力による転位の単結晶育成用シードへ の伝播を遮断する不整合部たる係合部を有するととも に、所定の間隔を隔てて前記単結晶育成用シードの周り を覆うように形成されており、前記プレディップ用伝熱 材の先端は、前記単結晶育成用シードの先端より突出す るように構成されているため、図6(b)でプレディッ プ用伝熱材の先端が着液した時点から前記単結晶育成用 シードの先端はプレディップ用伝熱材で覆われ、融液か らの熱でより昇温せしめられた空間内に維持され、プレ ディップ用伝熱材の先端からの熱を熱伝導により受け取 りながら、融液表面に近づいていくことになる。従って 図6(d)で単結晶育成用シードの先端が着液した瞬間 の熱的変動は極めて小さなものとなる。

【0024】次に本発明の第5実施例を図9に示す。前 記第1乃至第4の実施例では、単結晶育成用シードの周 りをプレディップ用シードが覆うような形状であった が、単結晶育成用シードの先端にプレディップ用シード

に示すように、円柱または角柱状の単結晶育成用シード 1とプレディップ用伝熱材2とを、あり継ぎ(dovetail joint) で接続したものである。この例ではこのあり継 ぎ面が転位の伝播を遮断する不整合部を構成し、このあ り継ぎ面よりも下方に位置したプレディップ用伝熱材2 は、先に融液に浸漬され、溶解しながら融液の熱を単結 晶育成用シードに伝導し、単結晶育成用シードを予熱す る。単結晶育成用シード1にはプレデッィプ用伝熱材2 に導入された転位が伝播せず、融液温度近くまで昇温し た時点で融液に浸漬される。このとき、プレディップ用 10 伝熱材2はすべて溶解されている。なお、この例におい ても、プレディップ用伝熱材2と単結晶育成用シード1 との接合面に酸化シリコン膜を形成しておくことによ り、転位の伝播を遮る作用をより確実にすることができ るとともに、表面表力による隙間への融液の浸透を防止 した信頼性の高い種結晶を得ることが可能となる。 前 記実施例では、別に形状加工したプレディップ用伝熱材 2と単結晶育成用シード1とを接合することによって種 結晶体を形成したが、これらに限定されることなく、先 端から所定の位置に融液の熱を伝導するとともに融液浸 20 げが可能となる。次に本発明の第9の実施例について説 漬時の熱応力による転位の伝播を遮断するように構成さ れた不整合部を有する種結晶体であればよい。この不整 合部としては酸化シリコン膜のほか窒化シリコン膜でも よい。前記不整合部としては、シリコン同士の接合面で あってもよい。もちろん、プレディップ用伝熱材は必ず しも単結晶である必要はない。前記実施例ではあり継ぎ によるものについて説明したが、図10に示すように、 液面に平行な不整合部を有するものでもよい。この例で は単結晶シリコンからなる前記単結晶育成用シード1の 下端に酸化シリコン膜10を介して多結晶シリコンから なるプレディップ用伝熱材2が接合されている。また図 11 に示すように不整合部Bが斜めに形成されているも のも接合面積が大きく接着がより強度な種結晶を得ると とが可能となる。また、図12に示すようにプレディッ プ用伝熱材2の上面に凹部が形成されこの凹部に単結晶 育成用シード1としての単結晶シリコン棒の先端を挿入 して接合したものである。これら単結晶育成用シード1 とプレディップ用伝熱材2との界面が不整合部Bを構成 する。望ましくはこの界面にも酸化シリコン膜を形成す ることにより接合が強固となる。次に本発明の第6の実 40 施例として種結晶体の形成方法について説明する。この 例では図13(a)に示すように単結晶シリコン21を 所望の形状に加工し、図13(b)に示すように酸化防 止膜22として窒化シリコン膜を形成する。 との後、図 13(c)に示すように前記単結晶シリコン21を分断 する。この分断された単結晶シリコンの分断面同志を合 わせて酸素雰囲気中で加熱し図13(d)に示すように 接合面に酸化シリコン10を形成した後、表面の酸化防 止膜をエッチング除去し図13(e)に示すよう酸化シ リコン膜10を介して接合された種結晶体を得る。次に 50 明したが、GaAs, GaAsP, InPなどの化合物半導体の引き

本発明の第7の実施例としてイオン注入により、不整合 部を形成する例について説明する。まず、図14(a) に示すように、単結晶シリコンを所望の形状に加工し、 素体30を形成する。そして、図14(b)に示すよう に、この素体の所望の位置に酸素イオンを注入し酸化シ リコン層31を形成する。この方法によれば、機械的に 分断することなくイオン注入層によって物理的に不連続 とすることができる。従って、界面での剥離や隙間への 融液の侵入を防止することが可能となる。次に本発明の 第8の実施例として接合により種結晶体を形成する方法 について説明する。図15(a)および(b)に示すよ うに、単結晶シリコンを所望の形状に加工し、単結晶育 成用シード1およびプレディップ用伝熱体2を形成す る。このプレディップ用伝熱体2の接合面側には酸化シ リコン膜10をあらかじめ形成しておく。この状態で図 15 (c) に示すように、単結晶育成用シード1 および プレディップ用伝熱体2を酸化シリコン膜10を介して 接合する。この方法によれば極めて強固な接合が可能と なり、界面への融液の浸透もなく、信頼性の高い引き上 明する。この例では、貼合わせによって酸化シリコン膜 を介して2枚のプレートを接合した後、切断することに より、種結晶を形成するようにしたことを特徴とするも のである。先ず図16(a)に示すように、単結晶シリ コンからなる第1のプレート41を用意するとともに、 図16(b)に示すように、接合面に酸化シリコン膜4 3を有する単結晶シリコン製の第2のプレート42を用 意する。そして図16(c)に示すように、前記第1、 び第2のプレートを前記酸化シリコン膜43を介して重 30 ねあわせた状態で加熱することにより接合し接合プレー トを形成する。さらに図16(d)に示すように、 前 記接合プレートを接合面に垂直な面で、前記所望の大き さに切断することにより多数個のシードを形成する。望 ましくは切断工程の後、前記種結晶の前記第1のプレー ト側表面をエッチングする。このようにして、不整合部 を有する種結晶を容易に作業性よく形成することができ る。また、前記単結晶育成用シードとの接合面近傍に高 **濃度にドープされた多結晶シリコン層を含むものを使用** することにより、酸化工程でより酸化シリコン膜が形成 され易く、接合が容易となる。この酸化シリコン膜は、 接合を強固にする程度に形成するのが望ましいが、隙間 を埋めるだけでも良いことは言うまでもない。さらにま た単結晶育成用シードとしては先端部が円錐状をなすよ うに形成しておき、前記プレディップ用伝熱材は、この 円錐状部分に係合し、前記単結晶育成用シードに、融液 の熱を伝導するとともに、融液浸漬時の熱応力による転 位の伝播を遮断する不整合部たる係合部を有し、酸化シ リコン膜を介して両者が密着接合せしめられたものも有 効である。加えて前記実施例では、シリコンについて説

上げにも適用可能であることはいうまでもない。 化合物 半導体の場合にも界面に酸化膜を形成することにより、 前記実施例の場合と同様の効果を奏功する。

[0025]

【発明の効果】以上説明したように本発明によれば、次 の効果が得られる。

- (1) 単結晶育成用シードは、プレディップ用伝熱材から融液の熱を伝達せしめられ、この熱により融液浸漬前に融液温度近傍まで昇温し、両者の温度差が小さくなる一方、プレディップ用伝熱材に転位が発生することがあ 10っても不整合部がこの転位の進行を停止させるので、着液時の熱応力も小さくなり、転位の導入が起こらない。従って、ダッシュネック法による絞りの必要がなく、単結晶育成用シードを縮径することなくそのまま肩部形成工程に移行することができる。絞り工程の省略により、生産性が向上する。
- (2) 従来のようにネック部で単結晶を吊り下げること がないので、ネック部破断の危険性なしに大重量の単結 晶を製造することができる。
- (3)シードホルダや単結晶製造装置に特別な加熱手段 20 を設置する必要がなく、単結晶製造装置の複雑化を避け ることができる。
- (4) プレディップ用伝熱材は、融液内で溶融せしめられ消失して融液の一部となるため、成長する単結晶の障害となることもない。また、このプレディップ用伝熱材の長さについても適宜選択することができ、十分に長くとり、徐々にさげていくようにすることにより、単結晶育成用シードの先端に急激な温度変化を与えることなく、ゆっくりと引き上げを行うようにすることが可能となり、さらなる結晶性の向上を図ることが可能となる。(5)また、成長面すなわち引き上げ開始点は、プレディップ用伝熱材と、単結晶育成用シードとの界面ではなく、単結晶育成用シードの先端を一旦融液に浸漬し十分
- 始されるため、結晶欠陥の発生はほとんど皆無となる。 (6)また、プレディップ用伝熱材と、単結晶育成用シードとの接合は、接着剤や特別の接続用治具を用いることなく達成できるため、ホルダへの取り付けに関しては 通常の種結晶と同様に扱うことができる。また融液への 汚染も従来と同様の対応で防止可能である。

に溶融したのち、安定で結晶性の良好な面から成長が開

【図面の簡単な説明】

【図1】種結晶の第1実施例を示す斜視図で、(a)は単結晶育成用シード、(b)はプレディップ用伝熱材、(c)は前記両者を一体化した種結晶、(d)は前記両者を一体化した種結晶の説明図である。

22

【図2】種結晶の第2実施例を示す斜視図で、(a)は 単結晶育成用シード、(b)はプレディップ用伝熱材、

(c)は前記両者を一体化した種結晶である。

【図3】種結晶の第3実施例を示す斜視図で、(a)は 単結晶育成用シード、(b)はプレディップ用伝熱材、

(c)は前記両者を一体化した種結晶である。

【図4】種結晶の第4実施例を示す斜視図で、(a)は 単結晶育成用シード、(b)はプレディップ用伝熱材、

(c)は前記両者を一体化した種結晶である。

【図5】第1実施例の種結晶の製造工程を示す図である。

【図6】第1実施例の種結晶を使用して単結晶を製造する際の手順を示す説明図である。

【図7】第1実施例の種結晶を使用して単結晶を製造する際の単結晶育成用シードおよびプレディップ用シードの温度と液面からの距離とを示す説明図である。

【図8】第1実施例の種結晶を使用して単結晶を製造する際の手順を示す説明図で、単結晶育成中の状態を示す。

0 【図9】種結晶の第5実施例を示す正面図である。

【図10】種結晶の変形例を示す正面図である。

【図11】種結晶の変形例を示す正面図である。

【図12】種結晶の変形例を示す正面図である。

【図13】本発明の第6の実施例の種結晶の製造方法を示す図である。

【図14】本発明の第7の実施例の種結晶の製造方法を示す図である。

【図15】本発明の第8の実施例の種結晶の製造方法を示す図である。

30 【図16】本発明の第9の実施例の種結晶の製造方法を 示す図である。

【図17】本発明の種結晶の変形例を示す斜視図であ

【図18】種結晶を融液に徐々に接近させたときの種結晶先端温度の変化を示す図である。

【図19】種結晶の先端を融液面から2.7mmの距離 に固定したときの種結晶先端温度の経時変化を示す図である。

【符号の説明】

40 1 単結晶育成用シード

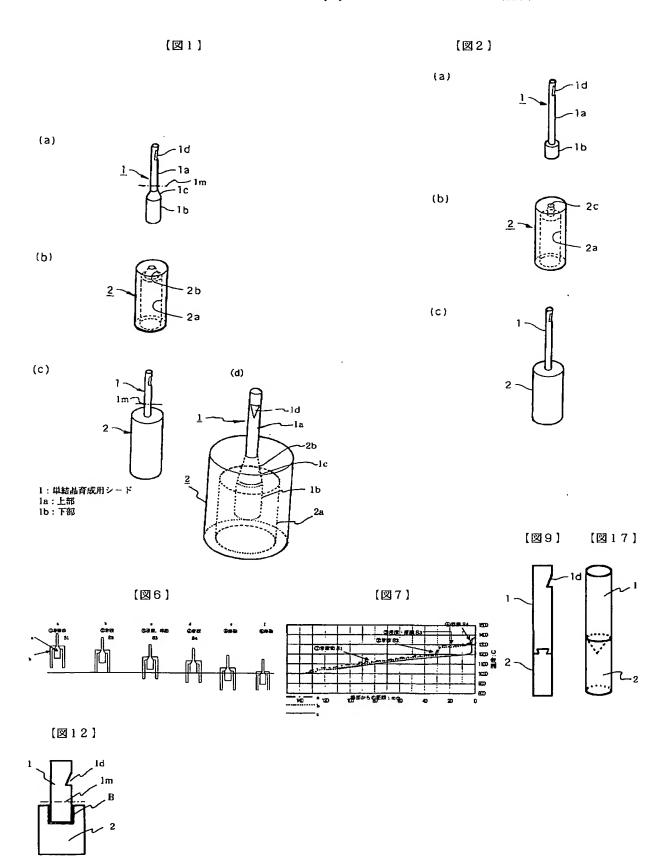
2 プレディップ用伝熱材

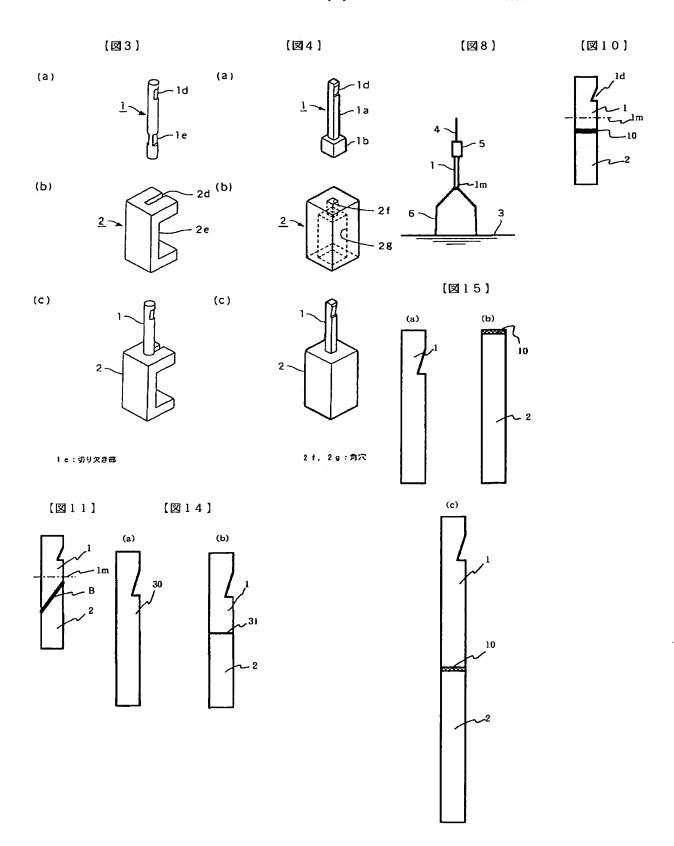
3 融液

5 シードホルダ

6 単結晶

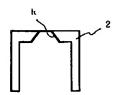
10酸化シリコン膜

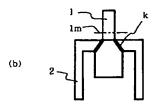


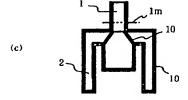


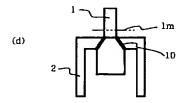
【図5】



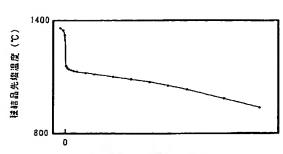






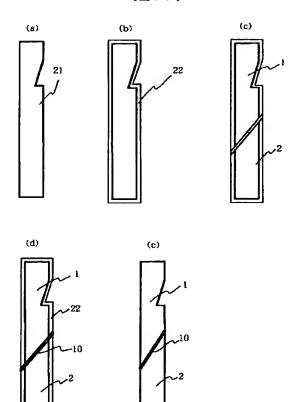


【図18】

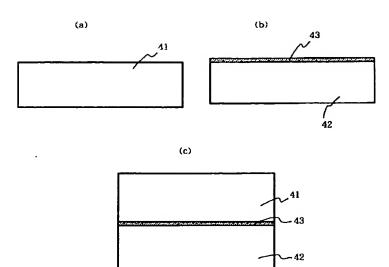


融液面と種結晶との距離 (**)

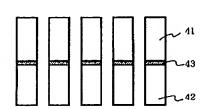
【図13】



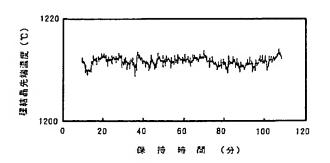
【図16】



(d)



【図19】



【手続補正書】

【提出日】平成11年5月11日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】請求項44

【補正方法】変更

【補正内容】

【請求項44】前記単結晶製造用種結晶は、単結晶育成 用シードと単結晶育成用シードの浸漬に先立ち融液に浸 漬されるプレディップ用伝熱材とからなり、前記単結晶 育成用シードは下端部が円錐形状をなすように形成さ れ、前記プレディップ用伝熱材は上端部がこの円錐形状 に対応する形状を有し、融液の熱を伝導するとともに融 液浸漬時の熱応力による転位の伝播を遮断する不整合部 を介して両者が密着せしめられており、

前記融液の液面が前記不整合部よりも上にくるまで前記 単結晶製造用種結晶を下降せしめる工程を含むことを特 徴とする<u>請求項41もしくは42</u>に記載の単結晶製造方法。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】請求項45

【補正方法】変更

【補正内容】

【請求項45】前記単結晶製造用種結晶は、単結晶育成用シードと単結晶育成用シードの浸漬に先立ち融液に浸漬されるプレディップ用伝熱材とからなり、前記単結晶育成用シードは下端部が前記融液の液面に対して傾斜するように形成され、前記プレディップ用伝熱材は上端部がこの傾斜に対応する形状を有し、融液の熱を伝導するとともに融液浸漬時の熱応力による転位の伝播を遮断する不整合部を介して両者が密着せしめられており、前記融液の液面が前記不整合部よりも上にくるまで前記単結晶製造用種結晶を下降せしめる工程を含むことを特徴とする請求項41もしくは42に記載の単結晶製造方法。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】請求項46

【補正方法】変更

【補正内容】

【請求項46】前記単結晶製造用種結晶は、単結晶育成 用シードと単結晶育成用シードの浸漬に先立ち融液に浸 漬されるプレディップ用伝熱材とからなり、前記単結晶 育成用シードは下端部が前記融液の液面に対して平行に 形成され、前記プレディップ用伝熱材は上端部がこれに 対応する形状を有し、融液の熱を伝導するとともに融液 浸漬時の熱応力による転位の伝播を遮断する不整合部を 介して両者が密着せしめられており。

前記融液の液面が前記不整合部よりも上にくるまで前記 単結晶製造用種結晶を下降せしめる工程を含むことを特 徴とする請求項41もしくは42に記載の単結晶製造方法。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】請求項47

【補正方法】変更

【補正内容】

【請求項47】単結晶育成用シード(1)を無転位のまま 融液(3)に浸漬した後、結晶径を縮小する縮径工程を介 することなく直ちに単結晶(6)の肩部形成工程に移行す ることを特徴とする請求項41に記載の単結晶製造方法。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】請求項48

【補正方法】変更

【補正内容】

【請求項48】前記単結晶製造用種結晶は断熱部材を介して引き上げ手段に把持せしめられることを特徴とする請求項41に記載の単結晶製造方法。

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0008

【補正方法】変更

【補正内容】

[8000]

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するため、本発明に係る単結晶製造用種結晶の第1は、単結晶製造用種結晶にないて、融液の熱を伝導するとともに、融液浸漬時の熱応力による転位の伝播を遮断する不整合部を有することを特徴とする(請求項1)。本発明の第2では、単結晶育成用シード(1)と、前記単結晶育成用シードよりも先に融液(3)に浸漬させて融液(3)の熱を単結晶育成用シード(1)に伝導するプレディップ用伝熱材(2)とが、前記プレディップ用伝熱材から前記単結晶育成用シードに、融液の熱を伝導するとともに、融液浸漬時の熱応力による転位の伝播を遮断する不整合部を介して接合されていることを特徴とする(請求項2)。本発明の第3では、請求項1または2記載の単結晶製造用種結晶において、プレディップ用伝熱材は、前記単結晶

育成用シードの成長開始位置よりも下方に、不整合部を 介して接合されていることを特徴とする(請求項3)。 本発明の第4では、請求項1乃至3のいずれかに記載の 単結晶製造用種結晶において、前記プレディップ用伝熱 材は、単結晶育成用シードの側部で前記単結晶育成用シ ードと係合する係合部を有するとともに、所定の間隔を 隔てて前記単結晶育成用シードの周りを覆って形成され ており、前記プレディップ用伝熱材の先端は、前記単結 晶育成用シードの先端より突出するように構成されてい ることを特徴とする(請求項4)。本発明の第5では、 請求項4記載の単結晶製造用種結晶において、前記間隔 は、表面張力により、融液が浸透しない程度に十分に大 きいことを特徴とする(請求項5)。本発明の第6で は、請求項5記載の単結晶製造用種結晶において、前記 単結晶育成用シードは大径部と、その上方に連設された 小径部とを有し、前記プレディップ用伝熱材は、前記小 径部を挿通し、前記大径部で係止する穴を上面に有する 円筒から構成されていることを特徴とする(請求項 6)。本発明の第7では、請求項6記載の単結晶製造用 種結晶において、前記穴はテーパ状をなしていることを 特徴とする(請求項7)。本発明の第8では、請求項1 乃至3のいずれかに記載の単結晶製造用種結晶におい て、前記不整合部は、前記単結晶育成用シードの下端に 形成されており、あり継ぎ接合の接合面を形成している ことを特徴とする(請求項8)。本発明の第9では、請 求項1乃至3のいずれかに記載の単結晶製造用種結晶に おいて、前記不整合部は、前記単結晶育成用シードの下 端に位置し、融液面に対して平行となるように形成され たことを特徴とする(請求項9)。本発明の第10では、 請求項1 乃至3のいずれかに記載の単結晶製造用種結晶 において、前記不整合部は、前記単結晶育成用シードの 下端に位置し、融液面に対して傾斜した面を形成すると とを特徴とする(請求項10)。本発明の第11では、請求 項1 乃至3のいずれかに記載の単結晶製造用種結晶にお いて、前記不整合部は、前記単結晶育成用シードの下端 に位置し、円錐状側面を形成することを特徴とする(請 求項11)。本発明の第12では、請求項1乃至3のいず れかに記載の単結晶製造用種結晶において前記単結晶育 成用シードは、シリコンであることを特徴とする(請求 項12)。本発明の第13では、請求項12記載の単結晶製造 用種結晶において、前記プレディップ用伝熱体は、シリ コンであり、不整合部を構成する酸化シリコン膜、窒化 シリコン膜および多結晶シリコン膜のいずれかを介して 単結晶育成用シードに接続されていることを特徴とする (請求項13)。本発明の第14では、請求項13記載の単結 晶製造用種結晶において、前記不整合部は、プレディッ プ用伝熱材と、単結晶育成用シードとを接触した後、こ の接触部の酸化によって形成された酸化シリコン膜であ ることを特徴とする(請求項14)。本発明の第15では、 請求項13に記載の単結晶製造用種結晶において、前記シ

リコンは高純度シリコンであることを特徴とする(請求 項15)。本発明の第16では、請求項15に記載の単結晶製 造用種結晶において、前記高純度シリコンは単結晶シリ コンであることを特徴とする(請求項16)。本発明の 第17では、請求項15に記載の単結晶製造用種結晶におい て、前記高純度シリコンは多結晶シリコンであることを 特徴とする(請求項17)。本発明の第18では、請求項 12記載の単結晶製造用種結晶において、前記プレディッ プ用伝熱材はシリコンであり、前記不整合部は、シリコ ン同士の接合面であることを特徴とする(請求項18)。 本発明の第19では、請求項18記載の単結晶製造用種結晶 において、前記プレディップ用伝熱材は髙純度シリコン であることを特徴とする(請求項19)。本発明の第20で は、請求項19記載の単結晶製造用種結晶において、前記 プレディップ用伝熱材は単結晶シリコンであることを特 徴とする(請求項20)。本発明の第21では、請求項20記 載の単結晶製造用種結晶において、前記プレディップ用 伝熱材は前記単結晶育成用シードと結晶方位が異なると とを特徴とする。本発明の第22では、請求項22記載の単 結晶製造用種結晶において、前記プレディップ用伝熱材 は前記単結晶育成用シードと結晶方位が同一でありると とを特徴とする(請求項22)。本発明の第23では、請求 項19記載の単結晶製造用種結晶において、前記プレディ ップ用伝熱材は多結晶シリコンであることを特徴とする (請求項23)。本発明の第24では、請求項1または2記 載の単結晶製造用種結晶において、前記不整合部は、酸 化膜、窒化膜および多結晶膜のいずれかであることを特 徴とする(請求項24)。本発明の第25では、請求項1ま たは2 記載の単結晶製造用種結晶において、前記不整合 部は、単結晶育成用シードとプレディップ用伝熱体とが 直接接触せしめられた接触面であることを特徴とする (請求項25)。本発明の第26では、請求項1または2記 載の単結晶製造用種結晶において、前記不整合部は、イ オン注入によって形成された不純物含有領域であること を特徴とする(請求項26)。本発明の第27では、単結晶 製造用種結晶の製造方法において、単結晶育成用シード (1) を用意する工程と、前記単結晶育成用シードよりも 先に融液(3) に浸漬させて融液(3) の熱を単結晶育成用 シード(1) に伝導するためのプレディップ用伝熱材(2) を用意する工程と、前記単結晶育成用シードと前記プレ ディップ用伝熱材を合わせた状態で接合する接合工程と を含むことを特徴とする。本発明の第28では、請求項27 に記載の単結晶製造用種結晶の製造方法において、単結 晶育成用シード(1) を用意する工程と、前記単結晶育成 用シードよりも先に融液(3) に浸漬させて融液(3) の熱 を単結晶育成用シード(1) に伝導するためのプレディッ プ用伝熱材(2) を用意する工程と、前記単結晶育成用シ ードと前記プレディップ用伝熱材を合わせた状態で酸素 雰囲気中で加熱し、接合する接合工程とを含むことを特 徴とする(請求項28)。本発明の第29では、請求項28記

載の単結晶製造用種結晶の製造方法において、前記接合 工程は、前記単結晶育成用シードと前記プレディップ用 伝熱材を合わせた状態で酸素雰囲気中で加熱したのち、 表面をエッチングすることにより、表面に露呈する酸化 膜を除去する工程とを含むことを特徴とする(請求項2 9)。本発明の第30では、単結晶製造用種結晶の製造方 法において、単結晶を用意する工程と、前記単結晶を分 断する工程と、前記分断された表面同志を合わせて状態 で酸素雰囲気中で加熱し、接合する接合工程とを含むて とを特徴とする(請求項30)。本発明の第31では、請求 項30記載の単結晶製造用種結晶の製造方法において、前 記分断する工程に先立ち、前記単結晶表面に酸化防止膜 を形成する工程を含み、前記接合工程の後、表面の前記 酸化防止膜を選択的に除去する工程を含むようにしたこ とを特徴とする(請求項31)。本発明の第32では、請求 項31記載の単結晶製造用種結晶の製造方法において、前 記酸化防止膜は窒化シリコンであることを特徴とする (請求項32)

本発明の第33では、請求項31記載の単結晶製造用種結晶 の製造方法において、前記酸化防止膜はレジストである ことを特徴とする(請求項33)。本発明の第34では、単 結晶製造用種結晶の製造方法において、単結晶育成用シ ード(1) を用意する工程と、前記単結晶育成用シードよ りも先に融液(3) に浸漬させて融液(3) の熱を単結晶育 成用シード(1) に伝導するためのプレディップ用伝熱材 (2) を用意する工程と、前記プレディップ用伝熱材また は前記単結晶育成用シードの少なくとも一方の端面に酸 化膜を形成する工程と、前記酸化膜を介して前記プレデ ィップ用伝熱材に、前記単結晶育成用シードを接合する 接合工程とを含むことを特徴とする(請求項34)。本発 明の第35では、請求項34記載の単結晶製造用種結晶の製 造方法において、前記接合工程は加熱状態で実施される ことを特徴とする(請求項35)。本発明の第36では、請 求項34記載の単結晶製造用種結晶の製造方法において、 さらに前記接合後、前記単結晶育成用シード表面をエッ チングする工程を含むことを特徴とする(請求項36)。 本発明の第37では、単結晶製造用種結晶の製造方法にお いて、単結晶育成用シード(1)を用意する工程と、前記 単結晶育成用シードよりも先に融液(3) に浸漬させて融 液(3) の熱を単結晶育成用シード(1) に伝導するための プレディップ用伝熱材(2) を用意する工程と、前記プレ ディップ用伝熱材または前記単結晶育成用シードの少な くとも一方の端面に多結晶膜を形成する工程と、前記多 結晶膜を介して前記プレディップ用伝熱材に、前記単結 晶育成用シードを接合する接合工程とを含むことを特徴 とする。本発明の第38では、単結晶製造用種結晶の製造 方法において、単結晶シリコンからなる第1のプレート を用意する工程と、単結晶シリコンからなり、少なくと も接合面に酸化シリコン膜を有する第2のプレートを用 意する工程と、前記第1および第2のプレートを前記酸

化シリコン膜を介して重ねあわせた状態で加熱すること により接合し接合プレートを形成する工程と、前記接合 ブレートを接合面に垂直な面で、前記所望の大きさに切 断することによりシードを形成する工程とを含むことを 特徴とする(請求項38)。本発明の第39では、請求項38 記載の単結晶製造用種結晶の製造方法において、前記切 断工程の後、前記シードの前記第1のプレート側表面を エッチングする工程を含むことを特徴とする(請求項3 9) 。本発明の第40では、単結晶製造用種結晶の製造方 法において、単結晶を用意する工程と、前記単結晶の所 定の位置を横断するように不純物イオンをイオン注入 し、不純物領域からなる不整合部を形成する工程とを含 むことを特徴とする(請求項40)。本発明の第41では、 溶融された原料融液表面に結晶成長の起点となる単結晶 製造用種結晶を浸漬して、これを引き上げることにより 単結晶を成長させる単結晶の製造方法において、先端か ら所定の位置に、融液の熱を伝導すると共に融液浸漬時 の熱応力による転位の伝播を遮断するように構成された 不整合部を有する単結晶製造用種結晶の前記先端を前記 融液に着液させる工程と、着液後更に前記不整合部より 上方に位置するまで融液中への前記単結晶製造用種結晶 の浸漬を続行する工程と、前記融液面が前記不整合部上 方に到達した後、前記単結晶成長用種結晶を引き上げる ことにより単結晶を成長させる成長工程とを含むことを 特徴とする(請求項41)。本発明の第42では、請求項41 に記載の単結晶製造方法において、前記単結晶製造用種 結晶は、単結晶育成用シードと単結晶育成用シードの浸 漬に先立ち融液に浸漬されるプレディップ用伝熱材とか らなり、プレディップ用伝熱材(2)の溶解終了に先立 ち、単結晶育成用シード(1)を融液(3) に浸漬させるこ とを特徴とする(請求項42)。本発明の第43では、請求 項41または42に記載の単結晶製造方法において、プレデ ィップ用伝熱材は、単結晶育成用シードの側部で前記単 結晶育成用シードと係合する係合部を有するとともに、 所定の間隔を隔てて前記単結晶育成用シードの周りを覆 う筒状体で構成されており、前記プレディップ用伝熱材 の先端は、前記単結晶育成用シードの先端より突出する ように構成されており、前記プレディップ用伝熱材の融 液面上部分と融液面とで形成される予熱空間によって、 前記単結晶育成用シードの先端部を囲み、 前記単結晶 育成用シードの先端を予熱する工程を含むことを特徴と する(請求項43)。本発明の第44では、請求項41もしく* *は42に記載の単結晶製造方法において、前記単結晶製造 用種結晶は、単結晶育成用シードと単結晶育成用シード の浸漬に先立ち融液に浸漬されるプレディップ用伝熱材 とからなり、前記単結晶育成用シードは下端部が円錐形 状をなすように形成され、前記プレディップ用伝熱材は 上端部がこの円錐形状に対応する形状を有し、融液の熱 を伝導するとともに融液浸漬時の熱応力による転位の伝 播を遮断する不整合部を介して両者が密着せしめられて おり、前記融液の液面が前記不整合部よりも上にくるま で前記単結晶製造用種結晶を下降せしめる工程を含むこ とを特徴とする(請求項44)。本発明の第45では、請求 項41もしくは42に記載の単結晶製造方法において、前記 単結晶製造用種結晶は、単結晶育成用シードと単結晶育 成用シードの浸漬に先立ち融液に浸漬されるプレディッ プ用伝熱材とからなり、前記単結晶育成用シードは下端 部が前記融液の液面に対して傾斜するように形成され、 前記プレディップ用伝熱材は上端部がこの傾斜に対応す る形状を有し、融液の熱を伝導するとともに融液浸漬時 の熱応力による転位の伝播を遮断する不整合部を介して 両者が密着せしめられており、前記融液の液面が前記不 整合部よりも上にくるまで前記単結晶製造用種結晶を下 降せしめる工程を含むことを特徴とする(請求項45)。 本発明の第46では、前記単結晶製造用種結晶は、請求項 41もしくは42に記載の単結晶製造方法において、単結晶 育成用シードと単結晶育成用シードの浸漬に先立ち融液 に浸漬されるプレディップ用伝熱材とからなり、前記単 結晶育成用シードは下端部が前記融液の液面に対して平 行に形成され、前記プレディップ用伝熱材は上端部がと れに対応する形状を有し、融液の熱を伝導するとともに 融液浸漬時の熱応力による転位の伝播を遮断する不整合 部を介して両者が密着せしめられており、前記融液の液 面が前記不整合部よりも上にくるまで前記単結晶製造用 種結晶を下降せしめる工程を含むことを特徴とする(請 求項46)。本発明の第47では、請求項41に記載の単結晶 製造方法において、単結晶育成用シード(1) を無転位の まま融液(3) に浸漬した後、結晶径を縮小する縮径工程 を介することなく直ちに単結晶(6)の肩部形成工程に移 行することを特徴とする(請求項47)。本発明の第48で は、請求項41に記載の単結晶製造方法において、前記単 結晶製造用種結晶は断熱部材を介して引き上げ手段に把 持せしめられることを特徴とする(請求項48)。

フロントページの続き

(72)発明者 尾上 修治

神奈川県平塚市四之宮2612 コマツ電子金 属株式会社内 (72)発明者 貞松 剛

神奈川県平塚市四之宮2612 コマツ電子金 属株式会社内

This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:		
BLACK BORDERS		
☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES		
FADED TEXT OR DRAWING		
BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING		
☐ SKEWED/SLANTED IMAGES		
☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS		
☐ GRAY SCALE DOCUMENTS		
LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT		
REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY		
OTHER:		

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.